

JP-A-10-217307

Title: Cleaning Method of Casting Roll

Abstract:

Problem to be solved: To reduce breathing resistance of a micro-cracking surface and recover function by cleaning and removing foreign matters present within micro-cracking grooves of a casting roll.

Solution: In this casting roll cleaning method, a micro-cracking surface is cleaned by applying microwave of 0.01-0.8W/cm<sup>2</sup> power density through basic solution of interfacial tension of 40dyn/cm or less, and pH8.5-14. For cleaning, it is desirable to include at least one of the following in the base solution; alkali salt, silicate, phosphate and/or amine compound. Thereby, casting performance can be recovered.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-217307

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月18日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

F I

B 2 9 C 47/08

B 2 9 C 47/08

B 0 8 B 3/08

B 0 8 B 3/08

Z

3/12

3/12

Z

C 2 3 G 1/14

C 2 3 G 1/14

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号

特願平9-26371

(22) 出願日

平成9年(1997) 2月10日

(71) 出願人 000003001

帝人株式会社

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

(72) 発明者 高木 憲男

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝

人株式会社相模原研究センター内

(74) 代理人 弁理士 前田 純博

(54) 【発明の名称】 キャスティングロールの洗浄方法

(57) 【要約】

【課題】 キャスティングロールのマイクロクラックの溝の内部に存在する異物を洗浄・除去して、マイクロクラック表面の通気抵抗を小さくして、機能を回復せしめること。

【解決手段】 マイクロクラック表面を、界面張力が40dyn/cm以下でしかもpHが8.5~14である塩基性水溶液を介して、出力密度が0.01~0.8W/cm<sup>2</sup>の超音波を印加せしめる洗浄を施すキャストイングロールの洗浄方法によって、キャストイング性能が回復できる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリマーの製膜に用いるマイクロクラック表面を有するキャストイングロールの洗浄方法において、キャストイングロールのマイクロクラック表面を、界面張力が $40\text{ dy n/cm}$ 以下でしかも $\text{pH}$ が $8.5 \sim 14$ である塩基性水溶液を介して、出力密度が $0.01 \sim 0.8\text{ W/cm}^2$ の超音波を印加する洗浄作用を施すことを特徴とするキャストイングロールの洗浄方法。

【請求項2】 塩基性水溶液がアルカリ塩、珪酸塩、磷酸塩又は及びアミン化合物の少なくとも1種を含む洗浄液であって、マイクロクラック表面を有するキャストイングロールの洗浄すべき部分を該洗浄液に浸漬し、ついで前記部分を超音波洗浄することからなる請求項2に記載のキャストイングロールの洗浄方法。

【請求項3】 ポリマーが線状ポリエステルである請求項1記載のキャストイングロールの洗浄方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はマイクロクラック表面を有するキャストイングロールの洗浄方法に関し、更に詳しくはマイクロクラック表面を有し、シート状に押出された熔融ポリマーを密着させて冷却固化するキャストイングロールの洗浄方法であって、特にキャストイングロールのマイクロクラックの溝の内部に存在する異物を洗浄・除去して、マイクロクラック表面の通気抵抗を小さくする洗浄方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】押出ダイから押出されたシート状の熔融ポリマーを冷却・固化してシートにするに際し、熔融ポリマーを冷却ロール（キャストイングロールとも言う）の表面に密着させて固化する手段が一般に用いられている。その際、シートの品質、製造速度等は上記冷却面と熔融ポリマーの密着性によって左右されることが多い。そこでシート状の重合体熔融物に静電荷を付与して冷却面に密着させる方法、いわゆる静電密着法が用いられている。この静電密着法は、キャストイング速度の低速域ではシートの厚みの均一性、表面の平滑性などに優れているが、問題点はキャストイング速度の上昇に伴ってシートの単位面積当りの静電荷量が減少して熔融シートの冷却面への密着力が低下し、シートと冷却面との間に空気が巻き込まれる。この空気は泡状の欠点を形成してシート表面の平滑性を低下させるうえに、冷却効果（熱交換効率）自体も低減してしまう。

【0003】この欠点の解決策として特開昭58-183220号公報には冷却装置の表面に多数の微細なマイクロクラックを形成せしめる手段が提案されている。このマイクロクラックを備えたキャストイングロール表面は平坦面に微細な溝を設けた構造からなり、溝幅に対して溝深さを大きく加工できるので、冷却面の平滑性をあまり低下させることなく巻き込み空気の排出路を確保で

きる。従ってフィルムに凹凸の転写欠点を実質的に生じさせることなく生産性を顕著に向上できる利点がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、押出された熔融ポリマーから昇華する低分子量化合物が、前記空気の排出路に付着堆積して目詰り作用を生じて、マイクロクラックの空気排出機能が低下し、その結果キャストイングの速度向上の効果が低減する問題がある。

【0005】従来のウェブの搬送用ロールやキャストイングロールの洗浄法として、特公昭48-4465号、特公昭55-36490号及び特公昭56-69120号等の公報に記載されているように、フェルトやブラッシ、ゴム等を付けた洗浄ロール具やワイパー等で被洗浄ロール表面を摩擦して洗浄する方法、また特公昭47-3917号公報には被洗浄ロールに洗浄液を付けて拭き取る方法、特開昭57-51426号公報記載の被洗浄ロールをコロナ放電処理する方法が知られており、更に特開昭62-108023号公報には紫外線を照射すると共に生成されるオゾン雰囲気にして汚れを分解する方法が開示されている。もっとも、これらの洗浄方法ではマイクロクラック溝の内部までは十分洗浄できず、低下した空気排出機能を十分回復することはできない。

【0006】他の洗浄方法として、①高圧水を吹き付けること、②マイクロクラック溝に存する異物を溶かし得る溶剤に浸けること、或は③ロールを水に浸けた状態で超音波洗浄する等の方法がある。しかしながら、①には十分な回復作用がなく、②は一時的には回復しても、その後の目詰り現象が早く進行する傾向が有り、加えて溶剤が蒸発するなどして作業環境が悪化したり、作業が煩瑣になる。

【0007】キャストイングロールとして一般的なクロムメッキのマイクロクラックの生成について、表面及び断面形状の顕微鏡観察によれば、メッキ平坦表面に開口する溝幅 $0.1 \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 、溝深さ $0.5 \sim 50\text{ }\mu\text{m}$ と極めて細く、しかも溝幅に対して溝深さの大きいU溝と、この溝を連結する細いトンネル状の通気孔からなっている。前記の洗浄方法①が不十分なのは、U溝の深部の洗浄が十分でないことに加えて、前記トンネル内部の洗浄が困難なためであると推定される。また空気の排出路に付着堆積する目詰り物は、一般に種々の化学構造の物質が含まれていることから、洗浄方法②においては全ての化合物を溶解する溶剤が見つからない場合が多く、未溶解物が残ることが原因と推定される。洗浄方法③の場合、ロールの被洗浄面を観察すると、マイクロクラックの溝に囲まれた平坦部分が欠落して孔を生じる現象がしばしば見られる。ロール表面の欠損はそのままフィルムに転写して凸状の欠点になる。

【0008】本発明者は、ロール表面に欠点を生じず、マイクロクラック溝の内部まで洗浄するには、超音波洗浄のキャビテーションエネルギーを特定範囲に選び、超

10

20

30

40

50

音波洗浄で使用する洗浄水として特定の洗浄液を選び、あるいは特定の添加剤を更に添加することによって、いっそう効率よくキャストイングロールの洗浄が達成できることを知り、本発明に至った。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】ポリマーの製膜に用いるマイクロクラック表面を有するキャストイングロールにおいて、キャストイングロールのマイクロクラック表面を、界面張力が $40\text{ dyn/cm}$ 以下であって、しかも $\text{pH}$ が $8.5 \sim 14$ の範囲にある塩基性水溶液を洗浄液として、この液とともにキャストイングロールの被洗浄部分に対し出力密度が $0.01 \sim 0.8\text{ W/cm}^2$ である超音波を印加し、洗浄作用を強化することを特徴とするマイクロクラック表面を有するキャストイングロールの洗浄方法である。

【0010】本発明の洗浄には、塩基性水溶液としてアルカリ塩、珪酸塩、燐酸塩又は及びアミン化合物の少なくとも1種を含むことが好ましい。

【0011】また線状ポリエステル系ポリマーの製膜に供するキャストイングロールの洗浄に、この塩基性水溶液を選択すると特に都合よく適用できる。勿論、本発明の洗浄方法は、どのようなポリマーのキャストイングロールにも適用できる。例えばポリエチレンテレフタレートあるいはポリエチレン2,6-ナフタレンジカルボキシレートのような線状ポリエステル、ポリプロピレンのようなポリオレフィン、ポリスチレンのようなポリビニル、ナイロンのようなポリアミド、ポリカーボネート等の熱可塑性重合体であればよい。

【0012】本発明のマイクロクラック表面を有するキャストイングロールとは、口金（ダイ）から押出されたシート状の熔融ポリマーを密着して固化する冷却ロールであって、冷却ロールの表面の平坦部分に多数のマイクロクラックが存在する。キャストイングロールとして一般的なクロムメッキのマイクロクラックの構造は、前記の通りメッキ平坦表面に開口する溝幅 $0.1 \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 、溝深さ $0.5 \sim 50\text{ }\mu\text{m}$ の極めて細く、しかも溝幅に対して溝深さの大きいU溝と、該U溝を連結する細いトンネル状の通気孔からなるポーラス構造の表面層を有するものである。

【0013】本発明の界面張力が $40\text{ dyn/cm}$ 以下、 $\text{pH}$ が $8.5 \sim 14$ である塩基性水溶液とは、アルカリ塩、珪酸塩、燐酸塩又は及びアミン化合物の少なくとも1種を含むものである。

【0014】被洗浄（物）体であるマイクロクラックの表面の性状、例えば溝の幅、溝の単位面積当りの密度、溝に囲まれた平坦部分の表面粗さ等にもよるが、良好な洗浄を行うには被洗浄体に対する界面張力が $40\text{ dyn/cm}$ 以下、望ましくは $30\text{ dyn/cm}$ 以下で、且つ $\text{pH}$ が $8.5 \sim 14$ 、望ましくは $8.7 \sim 13$ の範囲がよい。 $\text{pH}$ が $8.5$ に満たない場合は十分な洗浄効果

が得られない場合があつて好ましくない。

【0015】このような条件を満足する塩基性水溶液は、例えばカルボン酸系、スルホン酸系、リン酸系等の陰イオン性界面活性剤、エーテル型、エステルエーテル型、エステル型等の非イオン性界面活性剤、 $\text{pH}$ 調整剤として苛性アルカリ、アルカリ性塩等の1種類あるいは2種類以上を適宜水に溶解することによって調整できるが、より洗浄効果を高めるために、ほう砂等のアルカリ塩、珪酸塩、燐酸塩又は及びアミン化合物等をビルダーとして少なくとも1種を含むことが更に好ましい。

【0016】本発明の超音波洗浄の出力密度とは、超音波振動子入力電力（W）を振動子が取り付けられている超音波振動発信面の面積で除した値で、好ましい出力密度範囲は $0.01 \sim 0.8\text{ W/cm}^2$ である。出力密度が $0.01\text{ W/cm}^2$ に満たない条件では十分な洗浄効果が得られず、 $0.8\text{ W/cm}^2$ を超えるとマイクロクラックの溝に囲まれた平坦な島部分が超音波振動エネルギーで欠落する現象を生じる。より好ましい出力密度範囲は $0.05 \sim 0.5\text{ W/cm}^2$ で、特に好ましくは $0.07 \sim 0.3\text{ W/cm}^2$ である。

【0017】本発明において、マイクロクラックの通気孔の空氣の通り易さを、真空漏洩法によって測定する通気抵抗で定義すれば、マイクロクラックの表面に真空域を設けたときマイクロクラックの表面の溝を通じて空氣が流入し、この時真空吸引を停止すると真空度が低下するが、この真空度が一定値から他の一定値まで低下する時間を以て表す。

【0018】通気抵抗の具体的な測定法は、図1の概略図に示すように、真空計2の付いた容器1の一端に真空コック3を介して真空ポンプ4を接続し、他端に真空ホース5を介してゴムの吸盤6（例えば、株式会社妙徳製FPM、PFYK-40）を付ける。真空コック3から吸盤6までの有効な真空容積を $100\text{ cc}$ とする。図2によって、吸引部分の拡大断面を模式的に示すように、直径 $40\text{ mm}$ の吸盤をマイクロクラック表面8に押しあてると、吸盤の外周のみが接触するように直径 $30\text{ mm}$ のポーラスなシート7（例えば、日本精線株式会社製ナスロン低密度焼結体8-L-500）を吸盤の中央に置いて当接する。次いで真空ポンプ4により $100\text{ cc}$ の容器を $-700\text{ mmHg}$ 以下の真空にしてコック3を閉じると、吸盤部分のマイクロクラックの溝を通じて真空系に空氣が流入するため真空度が低下する。この時真空度が $-700\text{ mmHg}$ から $-650\text{ mmHg}$ に低下するに要する時間をもって通気抵抗と定義する。なお通気抵抗の測定に先立って測定器の真空漏れをチェックするため、磨かれた硝子板の通気抵抗が $100,000$ 秒間以上であることを確認する。

【0019】また本発明の実施例、比較例に記載の通気抵抗回復率（%）とは、マイクロクラックロールを製膜に使用して溝の内部に堆積物を生じたをロールを、洗浄

して堆積物を除去した後の洗浄の完全性の程度を表す指標とするもので、製膜に使用する前のマイクロクラックロールの通気抵抗を $T_0$ 、製膜に使用してしかる後洗浄をした後の通気抵抗を $T$ とした時、下記式で定義する。

$$(1 - (T - T_0) / T_0) * 100$$

【0020】

【発明の実施の形態】

【実施例1～3、比較例1～3】ポリエチレンテレフタ

レートの製膜に用いていたマイクロクラック表面のキャストイングロールであって、製膜に使用する前のマイクロクラックの通気抵抗 $T_0$ は240秒、製膜に使用して通気抵抗が280秒になった。ロールの一部を洗浄バスに漬けて表1、表2の条件で5分間洗浄し、洗浄結果を評価した。

【0021】

【表1】

実施例	洗 浄 液			超音波出力 密度W/cm <sup>2</sup>	通気抵抗回 復率%	マイクロクラックの表面状態
	界面張力	pH	ビルダー			
1	8	11.5	ほう砂	0.1	100	変化無し
2	5	9.2	ほうしょう	0.4	100	変化無し
3	15	12	アミン化合物	0.07	98	変化無し

【0022】ロールの洗浄はほぼ完全に達成され、しかもマイクロクラック表面状態には変化が無い。

【0023】

【表2】

比較例	洗 浄 液			超音波出力 密度W/cm <sup>2</sup>	通気抵抗回 復率%	マイクロクラックの表面状態
	界面張力	pH	ビルダー			
1	12	7.5	なし	0.3	65	変化無し
2	48	9.5	なし	0.4	47	変化無し
3	8	11.2	無機燐酸塩	1.2	78	1辺が50μの平坦部分が欠落

【0024】ロールの洗浄は不完全で、しかも比較例によってはマイクロクラック表面に欠陥を生じている。

【0025】

【発明の効果】細いU溝と、該溝を連結する細いトンネル状の通気孔からなるポーラス構造のマイクロクラックロールが、製膜でキャストイングロールとして用いると、溝の内部にポリマーの昇華物が堆積して目詰まりを生じ、通気抵抗が低下して本来の機能を消失するが、本発明によってポーラス構造に損傷を生じることなく、溝の内部に堆積した目詰まり物を除去し、通気抵抗を元の状態に復して、本来の機能を完全に回復することが出来る。

【図面の簡単な説明】

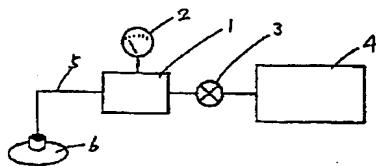
【図1】通気抵抗を測定する装置の模式図である。

【図2】通気抵抗を測定する装置の吸引部分の拡大断面の模式図である。

【符号の説明】

- 1…真空容器
- 2…真空計
- 3…真空コック
- 4…真空ポンプ
- 5…真空ホース
- 6…吸盤
- 7…ポーラスなシート
- 8…マイクロクラック表面

【図1】



【図2】

